

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-005014

(43)Date of publication of application : 14.01.1993

(51)Int.Cl.

C08F220/18
C08F 2/50
C09J 4/02
C09J133/06

(21)Application number : 03-154643

(71)Applicant : SEKISUI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 26.06.1991

(72)Inventor : KONISHI MASAOKI
NAKASUGA AKIRA

(54) PHOTOPOLYMERIZABLE COMPOSITION AND METHOD FOR POLYMERIZING AND CROSS-LINKING THE SAME

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject composition, composed of an acrylate-based monomer, a vinyl compound-based monomer, a cross-linking agent, a photopolymerization initiator and a thermal polymerization initiator in a specific proportion, having high performances, excellent in productivity and useful as viscoelastic products, etc.

CONSTITUTION: The objective composition containing (A) 60-100wt.% one or more acrylate-based monomers selected from the group of alkyl (meth)acrylates, (B) 0-40wt.% vinyl compound-based monomer having unsaturated double bond copolymerizable with the component (A), (C) 0-20wt.% cross-linking agent such as hexanediol di(meth)acrylate and (D) an acetophenone-based photopolymerization initiator in an amount of 0.001-5 pts.wt. based on 100 pts.wt. total amount of the components (A) to (C) and a thermal polymerization initiator such as azobisisobutyronitrile in an amount of 0.001-5 pts.wt. based on 100 pts.wt. total amount of the component (A) to (C). Furthermore, the aforementioned composition is photopolymerized at ordinary temperature and thermally polymerized at a temperature within the range of (the cleavage temperature of the azoisobutyronitrile $\pm 5^{\circ}$ C) and cross-linked to afford viscoelastic products.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.11.1994

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 25.12.1996

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-5014

(43)公開日 平成5年(1993)1月14日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 220/18	M L Y	7242-4 J		
2/50	M D P	7442-4 J		
C 0 9 J 4/02	J B G	7242-4 J		
133/06	J D B	7242-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数5(全 6 頁)

(21)出願番号	特願平3-154643	(71)出願人	000002174 積水化学工業株式会社 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号
(22)出願日	平成3年(1991)6月26日	(72)発明者	小西 正晃 埼玉県幸手市緑台1丁目15番6号
		(72)発明者	中壽賀 章 埼玉県大宮市丸ヶ崎489番地

(54)【発明の名称】 光重合性組成物およびその重合架橋方法

(57)【要約】

【目的】 光重合開始剤を含み、かつ、溶剤を実質的に含まない粘弾性製品製造用の光重合性組成物であって、粘着剤の粘着性能と粘着剤製造の生産性とを共に満足することができる新規な光重合性組成物を提供し、該光重合性組成物の重合架橋方法、すなわち、アクリル系粘弾性製品の製造方法を提供する。

【構成】 (a) アクリル酸アルキルエステルおよびメタクリル酸アルキルエステルからなる群から選択される少なくとも1種のアクリレート系モノマー60～100重量%と、(b) アクリレート系モノマー(a)と共重合可能な不飽和二重結合を有するビニル化合物系モノマー0～40重量%と、(c) 架橋剤0～20重量%と、(d) アクリレート系モノマー(a)とビニル化合物系モノマー(b)と架橋剤(c)の総和100重量部に対して、0.001～5重量部の光重合開始剤および0.001～5重量部の熱重合開始剤を含む光重合性組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) アクリル酸アルキルエステルおよびメタクリル酸アルキルエステルからなる群から選択される少なくとも1種のアクリレート系モノマー60～100重量%と、(b) アクリレート系モノマー(a)と共重合可能な不飽和二重結合を有するビニル化合物系モノマー0～40重量%と、(c) 架橋剤0～20重量%と、(d) アクリレート系モノマー(a)とビニル化合物系モノマー(b)と架橋剤(c)の総和100重量部に対して、0.001～5重量部の光重合開始剤および0.001～5重量部の熱重合開始剤を含む光重合性組成物。

【請求項2】 (a) アクリレート系モノマーが、2-エチルヘキシルアクリレート、ブチルアクリレート、イソオクチルアクリレート、イソノニルアクリレートからなる群から選択される1種または2種以上の混合物であり、(b) ビニル化合物系モノマーが、アクリル酸、カルボキシエチルアクリレート、N-ビニルピロリドンからなる群から選択される1種または2種以上の混合物であり、(c) 架橋剤が、アジリジン環を有する化合物、ヘキサジオールジアクリレート（以下、HDDAと略す）からなる群から選択される1種または2種以上の混合物であり、(d) 光重合開始剤が、4-（2-ヒドロキシエトキシ）フェニル（2-ヒドロキシ-2-プロピル）ケトン、 α -ヒドロキシ- α , α' -ジメチルアセトフェノンからなる群から選択される1種または2種の混合物であり、熱重合開始剤が、アゾイソブチロニトリルである、請求項1記載の光重合性組成物。

【請求項3】 請求項1または2記載の組成物を基材に塗工後、加熱およびイナート雰囲気下での光照射を同時に行なうか、または、加熱またはイナート雰囲気下での光照射のうちの一方を行なった後に他方を行なって、熱・光重合を行なうことを特徴とする、前記組成物の重合架橋方法。

【請求項4】 光重合を常温で行ない、熱重合をアゾイソブチロニトリルの開裂温度の $\pm 5^{\circ}\text{C}$ の範囲で行なうことを特徴とする、請求項3記載の重合架橋方法。

【請求項5】 請求項3または4のうちいずれか1項に記載の重合架橋方法により製造された粘弾性製品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、アクリレート系の光重合性組成物およびそれを用いた無溶剤型粘弾性製品の製造方法に関し、さらに詳しくは、高性能の粘弾性製品を高生産性で製造可能な製造方法およびその方法により得られた粘弾性製品に関する。

【0002】

【従来の技術】無溶剤型粘着テープの製造方法としては、ホットメルト粘着剤を加熱・混練・溶融して基材上に塗工するホットメルト法（以下、HM法と略す）、エ

マルジョン粘着剤を基材に塗布し乾燥させるエマルジョン法、熱重合性モノマー液を加熱バレル中で加熱・混練・重合させながら基材上に押出し塗布する押出し重合法、光重合性モノマー液を基材に塗布後イナート雰囲気中で光照射して重合させる光重合法（以下、UV法と略す）等が知られている。

【0003】これらの製造方法のうち、HM法は、一般に別途製造したポリマーを、溶融・混合して塗工する（溶融混合工程）。HM法では、熱架橋タイプの架橋剤を用いると、前記溶融混合工程でポリマーを架橋してしまうので、熱架橋タイプの架橋剤を用いることはできない。また、電子線や紫外線等の熱以外のエネルギーをトリガーとして架橋を行なう場合でも溶融塗工できるため、分子量の小さなポリマーを使用せねばならず、その結果優れた粘着性能を得るのは困難である。

【0004】エマルジョン法では、やはり別途製造した粘着剤エマルジョンを用いるので、不可欠成分として含有される界面活性剤が粘着性能に悪影響を与え、特に耐水性の点で十分な性能が得られない。

【0005】押出し重合法は、ポリマー製造と粘着テープ製造を同時に行なう製造方法であるが、塗工可能な粘着剤ポリマーを塗工するという点では、HM法と同じであり、塗工性と粘着性能の両者を同時に満足するとは困難である。

【0006】UV法では、モノマーを薄膜状態としてから重合する。すなわち、架橋剤を光重合性混合液に共存させて、重合と架橋を同時に実施できる点が、前記三法とは異なっている。その結果、塗工性を維持するために粘着性能を損なうことはなく、塗工性と粘着性能の両者を同時に満足することができる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、UV法では、重合を塗工後に行なうため、長い重合反応時間が必要であり、従来のUV法による製造方法では生産性が劣るという問題があった。

【0008】すなわち、一般に粘着剤の高性能を発現するためには、高分子量の粘着剤ポリマーを重合する必要があるが、該ポリマーを高分子量にするためには、遅い反応速度で長い時間をかけて重合反応を行なわなければならない、そのために、高性能粘着剤製造の生産性が劣るという問題があった。

【0009】本発明の目的は、光重合開始剤を含み、かつ、溶剤を実質的に含まない粘弾性製品製造用の光重合性組成物であって、粘着剤の粘着性能と粘着剤製造の生産性とを共に満足することができる新規な光重合性組成物を提供することにある。

【0010】本発明の今1つの目的は、該光重合性組成物の重合架橋方法、すなわち、アクリル系粘弾性製品の製造方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は上記目的を達成すべく工夫されたもので、モノマー成分として、アクリレート系モノマー(a)、ビニル化合物系モノマー(b)、架橋剤(c)とさらに重合開始剤として光重合開始剤および熱重合開始剤(d)を含有せしめた光重合性組成物を熱および光重合することにより、重合反応時間を短縮でき、その結果、粘着性能と生産性とを共に満足することができるアクリル系粘弾性製品を得ることができるという知見を得て完成されたものである。

【0012】すなわち、本発明による光重合性組成物は、(a) アクリル酸アルキルエステルおよびメタクリル酸アルキルエステルからなる群から選択される少なくとも1種のアクリレート系モノマー60～100重量%と、(b) アクリレート系モノマー(a)と共重合可能な不飽和二重結合を有するビニル化合物系モノマー0～40重量%と、(c) 架橋剤0～20重量%と、(d) アクリレート系モノマー(a)とビニル化合物系モノマー(b)と架橋剤(c)の総和100重量部に対して、0.001～5重量部の光重合開始剤および0.001～5重量部の熱重合開始剤を含む光重合性組成物である。

【0013】また、本発明は、前記組成物を基材に塗工後、加熱およびイナート雰囲気下での光照射を同時に行なうか、または、加熱またはイナート雰囲気下での光照射のうちの一方を行なった後に他方を行なって、熱・光重合を行なうことを特徴とする、前記組成物の重合架橋方法である。

【0014】さらに、本発明は、前記組成物の前記重合架橋方法によって得られるアクリル系粘弾性製品である。

【0015】以下、本発明による光重合性組成物を構成する各成分および同組成物の熱・光重合方法について説明する。

【0016】重合開始剤

本発明においては、従来のUV法ではなし得なかった粘着剤の高性能発現と高生産性の両立を、重合開始剤として光重合開始剤と熱重合開始剤とを併用し、重合反応工程で光照射工程と加熱工程とを併用することにより達成した。

【0017】すなわち、光重合開始剤と熱重合開始剤とを併用し、これら開始剤を活性化させるために、光照射工程と加熱工程という異なる2つの条件により重合反応を行なうことにより、高分子量のポリマーを重合する時間を短縮した。

【0018】本発明においては、熱と光は、完全に独立してコントロールできるエネルギーであり、かつ、光重合開始剤は熱によっては活性化されず、熱重合開始剤は光によっては活性化されない。従って、これら開始剤を併用し、加熱および光照射を同時に行なうか、または、加熱または光照射のうちの一方を行なった後に他方を行なうことにより、自由に重合および架橋のコントロール

をすることができる。

【0019】光重合開始剤

本発明で用いる単官能光重合開始剤としては、例えば、4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル(2-ヒドロキシ-2-プロピル)ケトン〔ダロキュアー2959：メルク社製〕； α -ヒドロキシ- α , α' -ジメチルアセトフェノン〔ダロキュアー1173：メルク社製〕；メトキシアセトフェノン、2, 2'-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン〔イルガキュアー651〕などのアセトフェノン系開始剤；ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテルなどのベンゾインエーテル系開始剤；その他、ハロゲン化ケトン、アシルホスフィノキシド、アシルホスフォナートなどを例示することができる。

【0020】このような光重合開始剤は、アクリレート系モノマーとビニル化合物系モノマーと架橋剤の総和100重量部に対して、0.001～5重量部の範囲で配合される。好ましくは、0.1～2重量部の範囲で配合される。

【0021】熱重合開始剤

本発明で用いる熱重合開始剤には、アゾ系の開始剤および過酸化物系の開始剤がある。

【0022】アゾ系の開始剤としては、例えば、アゾイソブチロニトリル、1, 1'-アゾビス(シクロヘキサン-1-カルボニトリル)、2, 2'-アゾビス(2-メチル-N-(1, 1-ビス(ヒドロキシメチル)エチル)プロピオンアミド)、2, 2'-アゾビス(2-メチル-N-(2-ヒドロキシエチル)プロピオンアミド)、2, 2'-アゾビス(2-(ヒドロキシメチル)プロピオニトリル)、2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビス(4-メトキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビスイソ酪酸ジメチル、2, 2'-アゾビス[2-(2-イミダゾリン-2-イル)プロパン]、2, 2'-アゾビス(2-メチル-N-(1, 1-ビス(ヒドロキシメチル)-2-ヒドロキシエチル)プロピオンアミド)などを例示することができる。これらのうち、コストや汎用性の点からアゾイソブチロニトリルが好ましい。

【0023】過酸化物系の開始剤としては、半減期が10時間となる温度が80℃以下の比較的分解しやすいものが好ましく、例えば、ベンゾイルパーオキシド、イソブチルパーオキシド、クミルペルオキシオクトエートなどを例示することができる。過酸化物系の開始剤としては、熱重合時間が短く、重合前の反応性組成物として安定なものを適宜選択することができる。

【0024】このような熱重合開始剤は、アクリレート系モノマーとビニル化合物系モノマーと架橋剤の総和100重量部に対して、0.001～5重量部の範囲で配合される。好ましくは、0.01～1重量部の範囲で配

合される。

【0025】アクリレート系モノマー

アクリレート系モノマーは本発明組成物のモノマー主成分であり、公知の光重合アクリル粘弾性製品の製造に用いられるものである。

【0026】アクリレート系モノマーとしては、アルキル基の炭素数が1~14、好ましくは4~12のアクリル酸アルキルエステルまたはメタクリル酸アルキルエステルが用いられる。これらのアクリレート系モノマーの具体例としては、(メタ)アクリル酸n-ブチル、(メタ)アクリル酸2-エチルヘキシル、(メタ)アクリル酸イソオクチル、(メタ)アクリル酸イソノニルなどを挙げる事ができる。

【0027】これらモノマーは、それぞれ単独でまたは2種以上を組み合わせ用いられる。粘着性と凝集性のバランスなどから、通常、ホモポリマーのガラス転移温度が-50℃以下のアクリル酸アルキルエステルを主成分とし、コモノマーとして、低級アルキル基の(メタ)アクリル酸エステルや下記のビニル系モノマーを用いることが好ましい。

【0028】アクリレート系モノマーは、アクリレート系モノマーとビニル化合物系モノマーと架橋剤の総和に対して、60~100重量%配合されるが、好ましくは、85~100重量%配合される。

【0029】ビニル系モノマー

アクリレート系モノマーと共重合可能な他のビニル系モノマーとしては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、アクリルアミド、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、N-置換アクリルアミド、ヒドロキシエチルアクリレート、カルボキシエチルアクリレート、N-ビニルピロリドン、マレイン酸、イタコン酸、N-メチロールアクリルアミド、ヒドロキシエチルメタクリレート、β-カルボキシエチルアクリレートなどを例示することができる。

【0030】また、ガラス転移温度の低い重合体を形成するビニル系モノマー、例えば、テトラヒドロフルフリルアクリレート、ポリエチレングリコールアクリレート、ポリプロピレングリコールアクリレート、ふっ素アクリレート、シリコンアクリレートなどのビニル系モノマーも用いることができる。

【0031】ビニル系モノマーは、アクリレート系モノマーとビニル化合物系モノマーと架橋剤の総和に対して、0~40重量%配合されるが、好ましくは、0~15重量%配合される。

【0032】架橋剤

本発明の光重合性組成物においては、粘弾性製品に耐熱性や高温での凝集力などを付与するために、架橋剤を含有させる。

【0033】このような光架橋剤としては、例えば、ヘキサジオールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)エチ

レングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、その他エポキシアクリレート、ポリエステルアクリレート、ウレタンアクリレートなどの多官能ビニル化合物を挙げることができる。

【0034】また、このような熱架橋剤としては、アジリジン環を有する化合物を挙げることができる。アジリジン環を有する化合物としては、N, N'-ヘキサメチレン-1, 6ビス(1-アジリジニルカルボキシアミド)、1, 1-カルボニルビスエチレンイミン、ポリメチレンビスエチレン尿素、ポリメチレンビスエチレンウレタン、ポリメチレンビスエチレンイミド、トリス(1-アジリジニル)フォスフィノキサイド、2, 4, 3-トリアジリジニル-1, 3, 5-トリアジンなどを例示することができる。

【0035】かかる架橋剤は、アクリレート系モノマーとビニル化合物系モノマーと架橋剤の総和に対して、0~20重量%配合されるが、好ましくは、0.001~2.0重量%配合される。

【0036】架橋剤の使用により、重合反応の過程で重合体分子間に架橋結合が生じ、粘弾性製品の耐熱性が向上する。粘弾性製品が粘着テープの場合には、高温での凝集力が増加し、高温での保持力が向上する。

【0037】タッキファイアー

本発明による光重合性組成物には、粘着付与樹脂と呼ばれるタッキファイアーを配合してもよい。

【0038】ここで用いられるタッキファイアーとしては、ロジン系樹脂、変成ロジン系樹脂、テルペン樹脂、テルペンフェノール樹脂、芳香族変成テルペン樹脂、C, およびC, 系石油樹脂、クマロン樹脂などがある。

【0039】その他の添加剤

本発明による光重合性組成物には、増粘剤やチキソトロップ剤、増量剤や充填剤などの通常用いられる添加剤を配合してもよい。

【0040】増粘剤としては、アクリルゴム、エビクロルヒドリゴム、イソブレンゴム、ブチルゴムなどが用いられる。

【0041】チキソトロップ剤としては、コロイドシリカ、ポリビニルピロリドンなどが用いられる。

【0042】増量剤としては、炭酸カルシウム、酸化チタン、クレーなどが用いられる。

【0043】充填剤としては、ガラスバルン、アルミナバルン、セラミックバルンなどの無機中空体；ナイロンビーズ、アクリルビーズ、シリコンビーズなどの有機球状体；塩化ビニリデンバルン、アクリルバルンなどの有機中空体；ポリエステル、レーヨン、ナイロンなどの単

繊維などが用いられる。

【0044】重合プロセス条件

本発明においては、加熱および光照射を同時に行なうか、または、加熱または光照射のうちの一方を行なった後に他方を行なうことにより、自由に重合および架橋のコントロールをすることができる。

【0045】光重合プロセス条件

光照射に用いられるランプとしては、波長420nm以下に発光分布を有するものが用いられ、その例としては低圧水銀灯、中圧水銀灯、高圧水銀灯、超高圧水銀灯、ケミカルランプ、ブラックライトランプ、マイクロウェーブ励起水銀灯、メタルハライドランプなどが用いられる。この中でも超高圧水銀灯またはケミカルランプは開始剤の活性波長領域の光を効率よく発光し、得られる高分子の粘弾性の性質を架橋により低下させるような短波長の光や、反応組成物を加熱蒸発させるような長波長の光を多く発光しないために好ましい。特に超高圧水銀灯の効果はランプに循環水のジャケットを付設したいわゆる水冷式において発揮される。

【0046】上記ランプによる反応性組成物への照射強度は、得られるポリマーの重合度を左右する因子であり、目的製品の性能毎に適宜制御される。通常のアセトフェノン基を有する開裂型の開始剤を配合した場合、照度は0.1~100mw/cm²の範囲が好ましい。

【0047】本発明における光重合は、空気中の酸素または反応性組成物中に溶解する酸素により阻害される。そのため、光照射は酸素の反応阻害を消去し得る手法を用いて実施されねばならない。その手法の1つとして、反応性組成物をポリエチレンテレフタレートやテフロン製のフィルムによって覆い酸素との接触を断ち、光はこのフィルムを通して該組成物へ照射する方法がある。また、窒素ガスや炭酸ガスのような不活性なガスにより酸素を置換した雰囲気において、光透過性の窓を通して組成物に光を照射してもよい。後者の方法において反応性組成物の重合を転化率が99.7%以上になる程度まで十分に完結されるためには、この照射雰囲気の酸素濃度は5000ppm以下である必要がある。該組成物の光照射によって得られた高分子生成物の分子量は、雰囲気酸素濃度の増加とともに低下する。完全にイナートな雰囲気での重合による生成物の分子量と同程度の分子量にするためには雰囲気酸素濃度は1000ppm以下である必要がある。さらに該反応性組成物の極薄い表層部分は重合体内部よりも酸素による反応阻害を受け易く凝集力が低下する。この表層部分が内部と同程度に凝集性を有するためには、雰囲気酸素濃度は300ppm以下であることが望ましい。

【0048】光照射をイナートゾーンにおいて行なう場合、その雰囲気酸素濃度を低レベルに保つために、このゾーンに常に一定量の不活性ガスが導入される。この導入ガスにより、反応性組成物表面には気流が発生しモノ

マー蒸発が起こる。この蒸発レベルを低く抑制するのに必要な気流速度は、このゾーン内を基材と共に移動される該組成物との相対速度が1m/sec以下であることが好ましく、さらに好ましくは0.1m/sec以下である。気流速度を0.1m/sec程度にするならば気流による蒸発は実質的に抑えられる。

【0049】熱重合プロセス条件

本発明において、熱重合は、上記光重合と同時に進行するか、あるいは、光重合工程の前段階または後段階に行なうことができるが、熱重合を光重合工程の前段階に行なう場合には、反応組成物中のモノマー蒸発が起こりやすいため、熱重合を光重合工程の後段階に行なうか、あるいは、同時に行なうことが好ましい。光重合によりモノマーの重合転化率が90~99%程度となった後に、熱重合を行なうことがより好ましい。

【0050】熱重合の加熱温度は、用いる熱重合開始剤の半減期が1分となる温度を目安として、適宜選択される。一般には、60~150℃程度である。

【0051】この熱重合によって、光重合条件では未反応のモノマーを重合させることができるので、熱重合と光重合とを併用することにより、光重合段階の反応時間を短縮することができる。

【0052】この熱重合は、テープの製造速度を高めるためには、光重合工程後、テープ巻取後に行なうことが最も好ましい。一方、テープ巻取前に熱重合を行なう場合には、光重合工程における高額なランプ設備を削減できるという効果がある。

【0053】

【作用】本発明によれば、配合組成物は、光重合開始剤および熱重合開始剤が配合され、同組成物を光重合および熱重合することにより、臭や性能低下の原因となる残存モノマーを重合することができる。

【0054】その結果、重合反応時間を短縮でき、高性能の粘弾性製品を高生産性で得ることができる。

【0055】

【実施例】つぎに、本発明を具体的に説明するために、本発明の一例を示す実施例およびこれとの比較を示す比較例を挙げる。なお、%は、重量%を示す。

【0056】〔実施例1〕2-エチルヘキシルアクリレート95g、アクリル酸5g、アクリルゴム3g、光重合開始剤（メルク社製、商品名「ダロキュア2959」）1.34gおよび熱重合開始剤としてアゾイソブチロニトリル1gを配合して粘度が550cpsの反応性組成物とした。この組成物を窒素ガスで10分間バージして溶存する酸素を除去した。

【0057】これを雰囲気酸素濃度300ppmのイナートな条件で厚み38ミクロンのPET基材上に塗工した後、同じイナート雰囲気条件下でバイレックスガラスを介して超高圧水銀灯を線源として用い、そのテープ上面の320~370nmでのランプ強度が5mw/cm²

となるように、1分間紫外線を照射した。このときの残存モノマーは10%であった。

【0058】このテープ上面を離型処理を施した厚み38ミクロンのPETフィルムでカバーした。このカバーフィルムを施したものを120℃のオーブンで30秒間加熱した。得られた粘着剤ポリマーの分子量は4.3万であり、残存モノマーは0.2%であった。

【0059】【実施例2】加熱工程でカバーフィルムを施さなかった以外は、実施例1と同様の条件でテープを試作した。得られた粘着剤ポリマーの分子量は4.2万であり、残存モノマーは0.1%であり、臭はなかった。

【0060】【比較例1】熱重合開始剤としてのアゾイソブチロニトリルを配合しなかった以外は、実施例1と同様の反応性組成物を、実施例1と同様に塗工した後、同様の条件で紫外線を照射した。99.7%の転化率となるような重合反応時間は2.5分であり、得られた粘着剤ポリマーの分子量は4.5万であった。

【0061】すなわち、本発明の実施例では、重合反応時間を短縮できたことがわかる。

【0062】【実施例3】2-エチルヘキシルアクリレート90g、カルボキシエチルアクリレート10gおよびダロキュア1173を0.96g配合し、その配合液に窒素ガスを吹き込み溶存する酸素を除去した。次いで、発光スペクトルの最大ピーク波長が352nmにある蛍光ランプで30秒間紫外線照射を行ない部分光重合増粘を行なった。この部分光重合増粘組成物にHDDAを0.15gおよびアゾビスイソブチロニトリル0.5gを添加した後、雰囲気酸素濃度300ppmのイナートな条件で厚み38ミクロンのPET基材上に塗工した後、同じイナート雰囲気条件下でバイレックスガラスを介して超高圧水銀灯を線源として用い、そのテープ上面の320~370nmでのランプ強度が5mW/cm²となるように、1分間紫外線を照射した。このときの残存モノマーは9.5%であった。

【0063】このテープを120℃で20秒間加熱し、さらに物性測定試験サンプルとして供した。

【0064】このテープの80℃での保持力は100時

間以上、sp粘着力は1200g/2.5cmと優れた性能であった。

【0065】【比較例2】部分光重合増粘組成物への紫外線照射の後での加熱操作を省いた以外は、実施例3と同様の方法でテープを作成し、その性能を評価した。

【0066】このテープのsp粘着力は1300g/2.5cmと高かったが、80℃での保持力は0.1時間未満であり、実用に耐えるものではなかった。

【0067】【実施例4】架橋剤としてHDDAの変りにアジリジン化合物であるN,N'-ヘキサメチレン-1,6ビス(1-アジリジニルカルボキシアミド)を0.15g添加した以外は、実施例3と同様の方法でテープを作成し、その性能を評価した。

【0068】このテープの80℃での保持力は100時間以上、sp粘着力は1250g/2.5cmと優れた性能であった。

【0069】【実施例5】実施例3で部分光重合増粘組成物を紫外線照射する際に、遠赤外ランプで照射部温度が80℃となるようにして1.5分間加熱および紫外線照射操作を実施して、テープを作成し、その性能を評価した。

【0070】このテープの80℃での保持力は100時間以上、sp粘着力は1100g/2.5cmと優れた性能であった。

【0071】

【発明の効果】本発明によれば、配合組成物は、光重合開始剤および熱重合開始剤が配合されているので、高分子量の粘着剤ポリマーの重合反応時間を短縮できる。その結果、高性能の粘弾性製品を高速生産することができる。

【0072】また、熱重合工程を光重合工程後に行なった場合、残存モノマーを重合させ得るのと同時に、残存モノマーの一部を蒸発させてしまうことができる。その結果、例えば、残存モノマーの人体への影響が問題となる医療分野で要求される性能をも満足する高性能の粘弾性製品を製造することができる。